

BEST AVAILABLE COPY

[First Hit](#)[Previous Doc](#)[Next Doc](#)[Go to Doc#](#)

Generate Collection

Print

L5: Entry 1 of 7

File: JPAB

Jun 13, 2000

PUB-NO: JP02000159593A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2000159593 A

TITLE: PRODUCTION OF SILICA GLASS CRUCIBLE

PUBN-DATE: June 13, 2000

## INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

MINAMI, TOSHIRO

NUNOME, TOMOHIRO

## ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

TOSHIBA CERAMICS CO LTD

APPL-NO: JP10349357

APPL-DATE: November 24, 1998

INT-CL (IPC): C30 B 15/10; C03 B 20/00

## ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing a silica glass crucible which can be served for a long period of time, enables the quality of silicon single crystal pulled up to be improved and enable the time of producing such single crystal to be shortened as well.

SOLUTION: This method for producing a silica glass crucible comprises the following practice: a rotary carbonaceous mold 1 with a crystallization promoter layer 2 formed at least on the inner surface is charged with high-purity quartz powder to form a quartz powder-packed layer which, in turn, is subjected to arc melting to form a green crucible body 4 made up of a semi-molten layer 5, a molten opaque layer 6 with a crystallized thin-layer portion 6a adjacent to the semi-molten layer, and a molten transparent layer 7; wherein a crystallization is advanced successively from the outside; subsequently, the semi-molten layer of the resultant green crucible body is ground and removed.

COPYRIGHT: (C) 2000, JPO

[Previous Doc](#)[Next Doc](#)[Go to Doc#](#)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-159593

(P2000-159593A)

(43) 公開日 平成12年6月13日(2000.6.13)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード(参考)
C 3 0 B 15/10		C 3 0 B 15/10	4 G 0 1 4
C 0 3 B 20/00		C 0 3 B 20/00	H 4 G 0 7 7

審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平10-349357

(22) 出願日 平成10年11月24日(1998.11.24)

(71) 出願人 000221122

東芝セラミックス株式会社

東京都新宿区西新宿七丁目5番25号

(72) 発明者 南 俊郎

神奈川県秦野市曾屋30番地 東芝セラミックス株式会社開発研究所内

(72) 発明者 布目 智宏

神奈川県秦野市曾屋30番地 東芝セラミックス株式会社開発研究所内

(74) 代理人 100064296

弁理士 高 雄次郎

Fターム(参考) 4G014 AH23

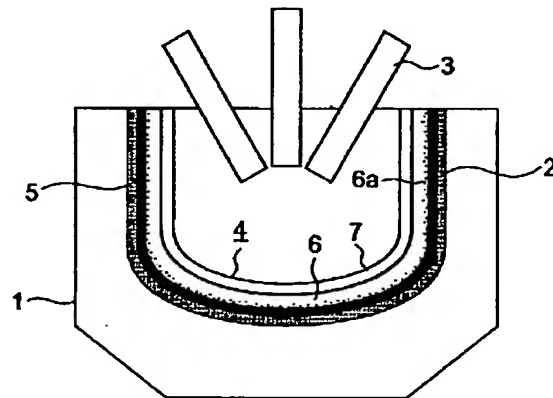
4G077 AA02 BA04 CF10 EG02 PD05

(54) 【発明の名称】 石英ガラスるつぼの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 長時間の使用が可能であると共に、得られたものを用いて引き上げられるシリコン単結晶の品質を高め得、かつ製造時間を短縮し得る石英ガラスるつぼの製造方法を提供する。

【解決手段】 少なくとも内表面に結晶化促進剤層2が形成された回転するカーボン型1内に、高純度石英粉を投入して石英粉充填層を形成し、この石英粉充填層をアーク溶融して外側から順に結晶化が進行した半溶融層5、半溶融層に隣接する薄い層状の部分6aが結晶化した溶融不透明層6、及び溶融透明層7からなるるつぼ素体4を形成した後、るつぼ素体の半溶融層を研削して除去する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも内表面に結晶化促進剤層が形成された回転するカーボン型内に、高純度石英粉を投入して石英粉充填層を形成し、この石英粉充填層をアーク溶融して外側から順に結晶化が進行した半溶融層、半溶融層に隣接する薄い層状の部分が結晶化した溶融不透明層、及び溶融透明層からなるるつぼ素体を形成した後、るつぼ素体の半溶融層を研削して除去することを特徴とする石英ガラスるつぼの製造方法。

【請求項2】 前記結晶化促進剤層の厚みが、カーボン型の内表面から0.5mm以上であることを特徴とする請求項1記載の石英ガラスるつぼの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、シリコン単結晶の引き上げに用いる石英ガラスるつぼの製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来、石英ガラスるつぼの製造方法としては、シリコン単結晶の引き上げ中に石英ガラスるつぼが軟化点近くの高温にさらされて、内側に曲がったりするのを防止するため、特開平6-219768号公報や特公平7-91160号公報に記載されているように、石英ガラスるつぼを強化する製造方法が知られている。前者の方法は、主にNa、K及びLiからなるアルカリ金属を1ppm以下含有し、その他各金属不純物含有量が10ppm以下である高純度石英原料粉に、Al、Y及びLaからなる群から選ばれた金属原子成分の硝酸塩又は硫酸塩含有溶液の少なくとも1種を核形成剤として添加混合した後、加熱処理して酸成分を除去してなる混合石英粉末を、溶融、ガラス化して形成するものである。一方、後者の方法は、石英原料を粉碎して精製し、金属不純物の総含有量を30ppm以下とした後、溶融状態で12時間以上保持してアルカリ金属を飛散させる。次いで、るつぼ形状に成形した後、高温で長時間加熱することにより、少なくとも外側表面にクリストバライト層を生成させるものである。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかし、従来の石英ガラスるつぼの製造方法の前者では、原料中にクリストバライトの形成核となる拡散能の低いAl、Y又はLaが添加されているので、得られる石英ガラスるつぼの粘性が高められ、長時間使用においても熱変形が小さくなるものの、長時間の使用中に金属原子成分が内側へ拡散し、シリコン融液中への混入を完全に防止することが困難であり、結晶成長されるシリコン単結晶に欠陥を生ずるおそれがある。一方、後者では、クリストバライト層の生成に長時間を要するので、製造時間が長くなる不具合がある。そこで、本発明は、長時間の使用が可能であると共に、得られたものを用いて引き上げられるシリコ

ン単結晶の品質を高め得、かつ製造時間を短縮し得る石英ガラスるつぼの製造方法を提供することを目的とする。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】前記課題を解決するため、本発明の石英ガラスるつぼの製造方法は、少なくとも内表面に結晶化促進剤層が形成された回転するカーボン型内に、高純度石英粉を投入して石英粉充填層を形成し、この石英粉充填層をアーク溶融して外側から順に結晶化が進行した半溶融層、半溶融層に隣接する薄い層状の部分が結晶化した溶融不透明層、及び溶融透明層からなるるつぼ素体を形成した後、るつぼ素体の半溶融層を研削して除去することを特徴とする。前記結晶化促進剤層の厚みは、カーボン型の内表面から0.5mm以上であることが好ましい。

【0005】るつぼ素体における半溶融層の結晶化は、カーボン型の内表面に塗布された結晶化促進剤を核として行われ、その後は、結晶化した部分が核的なものとなって結晶化が進行し、溶融不透明層における半溶融層に隣接した薄い層状の部分に至る。したがって、溶融不透明層における上記薄い層状の部分には、結晶化促進剤は存在しない。結晶化促進剤としては、Be、Mg、Ca、Sr、Ba等のIIa族元素、又はB、Al、Ga、In等のIIIb族元素が用いられる。結晶化促進剤層の形成は、結晶化促進剤を水及び／又はアルコールに溶解した溶液とし、刷毛塗り又は吹き付けによる塗布あるいは浸漬によって行われる。カーボン型としては、CIP材やカーボンコンボジット材等からなるものが用いられる。カーボン型の少なくとも内表面に形成された結晶化促進剤層の厚みが、内表面から0.5mm未満であると、石英ガラスるつぼに形成される結晶化部分の均質化が達成されない。結晶化促進剤層は、できるだけ全体に亘って均等な厚みであることが望ましい。溶融不透明層の結晶化した薄い層状の部分の厚みは、0.01~0.3mmであることが望ましい。その厚みが、0.01mm未満であると、同部分の存在による石英ガラスの高粘性化が十分に達成されなくて、石英ガラスるつぼの変形が抑制されず、シリコン単結晶の結晶化歩留まりを低下させることとなり、結晶化による粘性向上の効果が薄くなり、0.3mmを超えると、結晶化した層の剥離が生じてしまい、効果が無くなる。

## 【0006】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について具体的な実施例と比較例を参照して説明する。

## 実施例1

先ず、図1に示すように、口径24インチ石英ガラスるつぼ用のカーボン型1（内径660mm、深さ450mm）の内表面に、水酸化バリウム0.5M溶液を刷毛塗りで塗布した後、120℃の温度で1時間保持して乾燥し、内表面に厚み1mmの結晶化促進剤層2を形成し

た。次に、上記カーボン型1をるつぼ溶融機（図示せず）にセットして回転しながら、精製した水晶粉等の高純度石英粉を投入して所要厚みの石英粉充填層を形成した後、複数の電極棒3とカーボン型1との間のアーク放電によるアーク溶融によってるつぼ素体4を得た。得られたるつぼ素体4は、図2に示すように、外側から順に結晶化が進行した半溶融層5、半溶融層5に隣接する薄い層状の部分（0.01～0.3mm）6aが結晶化した溶融不透明層6、及び溶融透明層7からなるものであった。次いで、るつぼ素体4の半溶融層5を研削加工により除去して石英ガラスるつぼを得た。得られた石英ガ\*

\*ラスるつぼを単結晶引き上げ装置にセットし、シリコン単結晶を3回引き上げ、1回の引き上げ毎に石英ガラスるつぼにおける直胴部の最も内側に膨らんだ部分の隙間（10個平均）を測定し、かつ引き上げられたシリコン単結晶から切り出したウェーハの欠陥数（BMDの数：10枚平均）を測定したところ、通常の石英ガラスるつぼ、及び核形成剤を均一に分散させた石英ガラスるつぼのそれらを併記する表1に示すようになった。

【0007】

【表1】

引き上げ回数	最大隙間 (mm)			ウェーハのBMD欠陥数 ( $\times 10^4$ 個/ $\text{cm}^2$ )		
	A	B	C	A	B	C
1	1.5	4.3	2.5	50	50	110
2	1.3	5.4	2.1	55	70	75
3	2.2	6.5	1.4	50	53	88

A：実施例のるつぼ、B：通常のるつぼ、C：核形成剤を用いたるつぼ

【0008】表1からわかるように、実施例の石英ガラスるつぼは、3回の引き上げの結果では最大隙間が2.2mmと小さく、かつウェーハの欠陥数も最大 $55 \times 10^4$ 個/ $\text{cm}^2$ と少なかったのに対し、通常の石英ガラスるつぼは、最大隙間が6.5mmと大きい一方、核形成剤を用いた石英ガラスるつぼは、最大隙間が2.5mmと小さいが、ウェーハの欠陥数が最大 $110 \times 10^4$ 個/ $\text{cm}^2$ と多くなった。

【0009】又、実施例の石英ガラスるつぼの製造に要する時間は、外側表面にクリストバライト層を形成した石英ガラスるつぼの90%であった。

【0010】なお、上述した実施の形態においては、結晶化促進剤としてバリウムを用いる場合について説明したが、これに限定されるものではなく、他のIIa族元素又はIIIb族元素を用いても同様の効果が得られた。

【0011】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の石英ガラスるつぼの製造方法によれば、外表面の薄い層状の部分が結晶化すると共に、その部分の形成がるつぼの溶融成

※形時に形成されるので、長時間の使用が可能であると共に、得られたものを用いて引き上げられるシリコン単結晶の品質を高めることができ、かつ製造時間を短縮することができる。

【図面の簡単な説明】

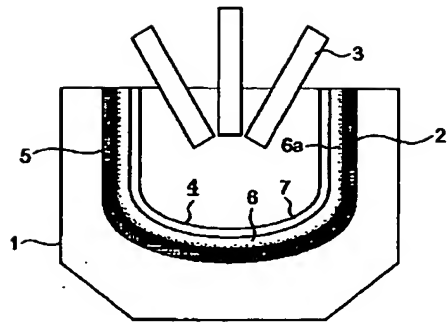
【図1】本発明に係る石英ガラスるつぼの製造方法の実施の形態のアーク溶融成形工程を示す断面図である。

【図2】図1のアーク溶融成形工程によって得られるるつぼ素体の部分断面図である。

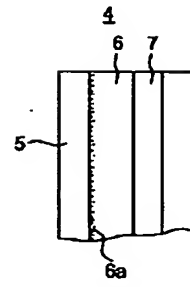
【符号の説明】

- 1 カーボン型
- 2 結晶化促進剤層
- 3 電極棒
- 4 るつぼ素体
- 5 半溶融層
- 6 溶融不透明層
- 6a 薄い層状の部分
- 7 溶融透明層

【図1】



【図2】



This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☒ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images  
problems checked, please do not report the  
problems to the IFW Image Problem Mailbox**